

## Process for reducing the biuret content in urea

Publication number: CH617672

Publication date: 1980-06-13

Inventor: MARIN RAMON XUTGLA (MX); FUENTES JOSE CABELLO (MX)

Applicant: MEXICO GUANOS (MX)

Classification:

- international: C07C273/16; C07C273/00; (IPC1-7): C07C126/08

- european: C07C273/16

Application number: CH19740006745 19740516

Priority number(s): GB19730023272 19730516; IT19730024161 19730516

Also published as:



SU953978 (A1)  
NL7406618 (A)  
LU70102 (A)  
GB1404098 (A)  
FR2229690 (A1)

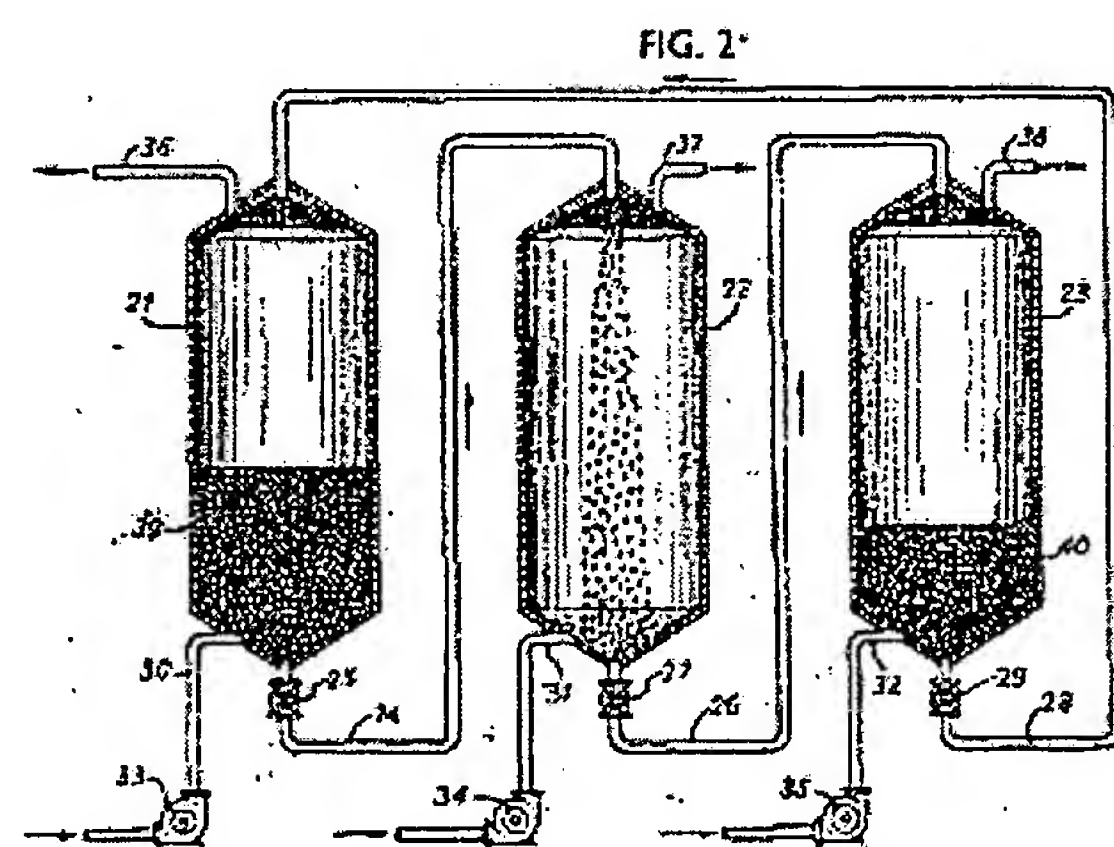
more >>

[Report a data error here](#)

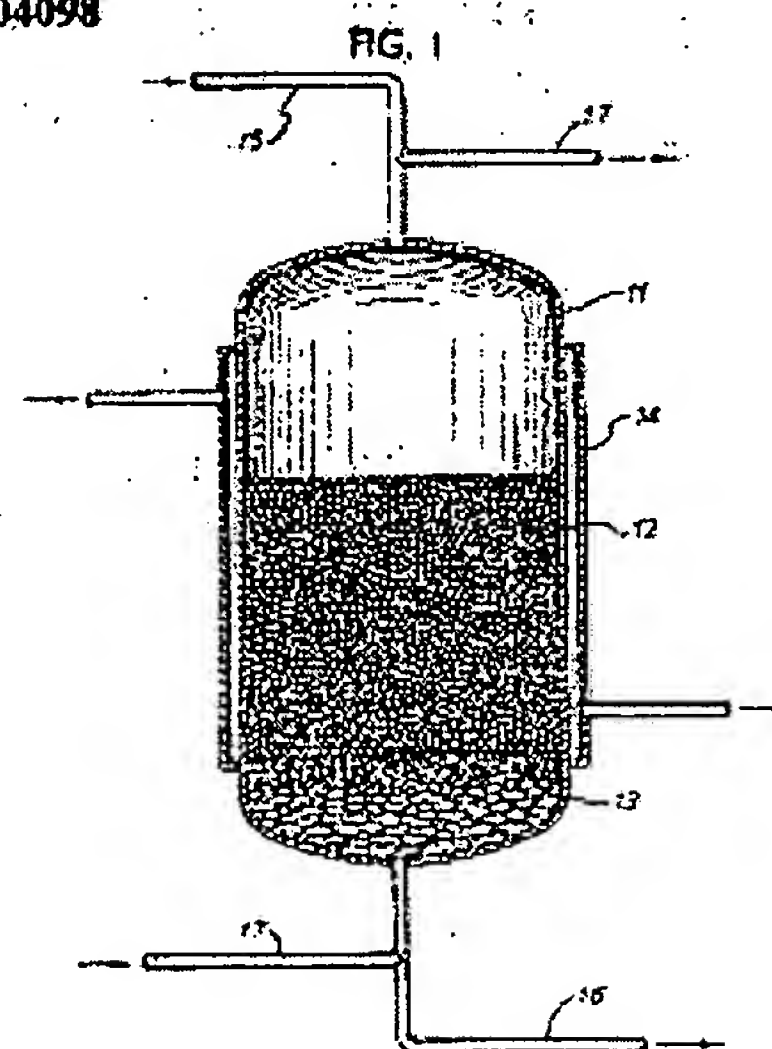
Abstract not available for CH617672

Abstract of corresponding document: **GB1404098**

1404098 Ion-exchange GUANOS Y FERTILIZANTES DE MEXICO SA 16 May 1973 23272/73 Heading B1J [Also in Division C2] An apparatus suitable for the purification of urea by contacting it with an ion-exchange resin in a batch process comprises a column 11, containing the resin 12 supported on graded sand 13, surrounded by a steam jacket 14 and provided with inlet and outlet lines 15 and 16 respectively. The lines 15 and 16 are provided with lines 17 for introducing backwash liquid at the lower end of the column and removing some from the upper end. An apparatus suitable for the continuous purification of urea comprises three columns 21, 22, and 23 provided at their lower ends with inlets 30, 31 and 32 respectively and at their upper ends with outlets 36, 37 and 38 respectively. The lower ends of columns 21, 22 and 23 are connected via lines 24, 26 and 28 respectively to the upper parts of columns 22, 23 and 21 respectively so that partially exhausted resin can be regenerated, and recycled. For Figure see next page



1404098



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide



CONFEDERAZIONE SVIZZERA  
UFFICIO FEDERALE DELLA PROPRIETÀ INTELLETTUALE

Int. Cl.<sup>3</sup>: C 07 C 126/08

Brevetto d'invenzione rilasciato per la Svizzera ed il Liechtenstein  
Trattato sui brevetti, del 22 dicembre 1978, fra la Svizzera ed il Liechtenstein



FASCICOLO DEL BREVETTO A5

11

617 672

21 Numero della domanda: 6745/74

22 Data di deposito: 16.05.1974

30 Priorità: 16.05.1973 IT 24161/73

24 Brevetto rilasciato il: 13.06.1980

45 Fascicolo del  
brevetto pubblicato il: 13.06.1980

73 Titolare/Titolari:  
Guanos y Fertilizantes de Mexico S.A., Mexico 18,  
D.F. (MX)

72 Inventore/Inventori:  
Ramon Xutgla Marin, Ciudad Satelite/Mexico  
(MX)  
Jose Cabello Fuentes, Mexico (MX)

74 Mandatario:  
Dr. A.R. Egli & Co., Patentanwälte, Zürich

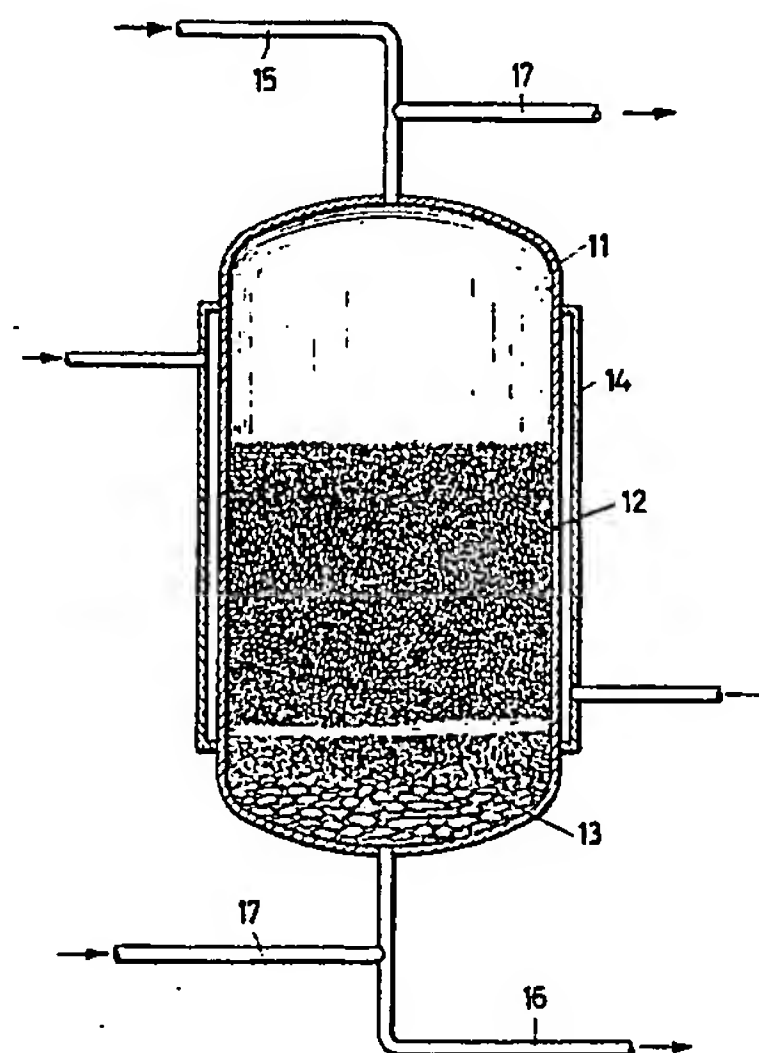
#### 54 Procedimento per ridurre il contenuto di biureto nella urea.

57 Per ridurre il contenuto di biureto in urea, sia fusa che in soluzione a concentrazione da 1,0 a 99,9 %, si pone detta urea fusa o in soluzione a contatto con resine a scambio ionico. E' vantaggioso l'uso di una resina anionica estremamente forte.

Il procedimento è condotto a temperature fra 0 e 200°C; esso può essere continuo o discontinuo.

Il procedimento può essere eseguito in una colonna (11), contenente un letto di resina (12). La colonna comprende una camicia esterna (14).

L'esecuzione del procedimento non richiede alterazioni nell'installazione per la produzione dell'urea o cambiamenti dei parametri di detta produzione.



## RIVENDICAZIONI

1. Procedimento per ridurre il contenuto di biureto in urea, sia fusa che in soluzione a concentrazione da 1,0 a 99,9%, in cui detta urea fusa o urea in soluzione è posta a contatto con resine a scambio ionico.
2. Procedimento come alla rivendicazione 1, in cui la resina a scambio ionico è una resina anionica estremamente forte.
3. Procedimento come alle rivendicazioni 1 o 2, in cui la temperatura di lavoro è compresa nell'intervallo da 0° a 200°C.
4. Procedimento come alle rivendicazioni 1, 2 o 3, che è eseguito con scambio ionico discontinuo.
5. Procedimento come alle rivendicazioni 1, 2 o 3, che è eseguito con scambio ionico continuo.
6. Urea a contenuto di biureto ridotto mediante il procedimento rivendicato nella rivendicazione 1.

La presente invenzione riguarda un procedimento per ridurre il contenuto di biureto in urea fusa o in urea in soluzione, ponendo detta urea a contatto con resine a scambio ionico.

Prima d'ora, un serio problema che si è incontrato nella produzione di urea, è stato il contenuto di biureto nel prodotto finale. Il biureto è una impurità dell'urea ed è un suo prodotto di condensazione, ottenuto in base alla seguente reazione



La formazione del biureto è una funzione diretta della temperatura e della durata di conservazione; quindi, queste circostanze devono venire evitate in tutti i procedimenti usati. Ma, per avere urea granulata, la forma che si trova più comunemente nel mercato, è necessario impiegare una soluzione sufficientemente concentrata e fluida, che consente la formazione di un granulo con un contenuto di umidità tale da impedire l'agglomeramento del prodotto immagazzinato e/o imballato. Allo scopo di ottenere una soluzione capace di venire granulata, è necessario lavorare ad alta temperatura. A parte ciò, il prodotto finale rilavorato è sottoposto ancora una volta al riscaldamento necessario per la sua granulazione, sicché il contenuto di biureto aumenta ancora.

L'urea è principalmente impiegata come fertilizzante agricolo, che in una delle tecniche del suo impiego viene disperso sulle foglie delle piante in crescita; ed in tal caso, il biureto è estremamente dannoso, perché possiede un'azione fitotossica molto forte. Quindi, per ottenere un'urea di grado fogliare, cioè in modo che le sue soluzioni possano essere disperse sulle foglie delle piante, è necessario che essa abbia un contenuto massimo di biureto di 0,2%.

Oltre al sopra citato impiego, l'urea ha una grande varietà di applicazioni diverse, nelle quali il requisito è un basso contenuto di biureto. Una di queste applicazioni e, p. es., l'impiego di urea nella produzione di resine sintetiche e materiali plastici. Analogamente, una piccola quantità di urea è usata in prodotti farmaceutici e, logicamente, per questo impiego esiste una seria restrizione nel titolo di biureto, come pure di altre impurità. D'altra parte, l'urea è usata in soluzioni per il trattamento ed il finissaggio di tessuti. In questo caso, il biureto contenuto nella urea, insieme alla formaldeide necessaria per il trattamento dei tessuti provoca intorbidamento nelle soluzioni, e quindi distrugge la brillantezza del finissaggio dei tessuti, il che è assolutamente indesiderabile.

L'usuale procedimento di produzione di urea consiste nel porre a contatto ammoniaca e biossido di carbonio, ad

alta pressione e temperatura, in un sistema chiuso. In questo modo, anzitutto, ammoniaca e biossido di carbonio si combinano esotermicamente per formare carbammato di ammonio, che, alle condizioni di reazione, è parzialmente trasformato in urea ed acqua. In un secondo tempo, l'urea risultante, il carbammato d'ammonio, l'ammoniaca e l'acqua vengono trattate con processi diversi, per recuperare l'ammoniaca ed il biossido di carbonio. Infine, si evapora l'acqua per ottenere una soluzione concentrata di urea relativamente pura, che è sottoposta ad un adatto processo per ottenere la forma finale desiderata della urea, per es. urea granulata. In questa ultima fase, ed in base alle osservazioni sopra riportate relativamente al riscaldamento, non è possibile evitare una percentuale non desiderata del titolo di biureto nel prodotto finale.

Per evitare la formazione di biureto, sono state proposte diverse soluzioni. Per es. è stato proposto di montare l'unità di evaporazione sulla cima della torre di granulazione, in modo da trasferire immediatamente l'urea fusa alla operazione di granulazione. Questo processo è svaltaggiato, perché richiede sostegni speciali per l'evaporatore, nonché tubazioni supplementari per il vapore ed il condensato.

Un altro processo per risolvere il problema della formazione di biureto consisteva nel trattamento con ammoniaca delle soluzioni contenenti biureto per rompere le molecole di biureto e riformare l'urea. Questo processo non è conveniente perché è un processo costoso, in quanto richiede alte pressioni per un notevole periodo e quindi, l'attrezzatura necessaria non risulta economica.

Un altro processo per risolvere il problema della formazione di biureto nella urea consisteva in una parziale cristallizzazione di soluzioni sature di urea, in modo da avere cristalli relativamente puri di urea, mentre la maggior parte del biureto rimaneva nelle acque madri, che venivano successivamente rilavorate nel reattore. Ma questo processo non ha fornito risultati soddisfacenti, perché la ricircolazione delle acque madri riduce la capacità dell'ambiente di urea ed inoltre non si evita la occlusione di biureto nei cristalli finali di urea.

Un altro processo per la produzione di urea a basso contenuto di biureto consisteva nell'evaporare ammoniaca, biossido di carbonio ed una certa quantità d'acqua e nel farli passare rapidamente attraverso un tubo riscaldato esternamente. Poi, la miscela di liquidi e gas che esce dal tubo viene sottoposta ad un trattamento per separare il gas dal liquido; ed infine, il liquido viene fatto passare attraverso una torre a riempimento, in controcorrente con un flusso di aria calda, ottenendo così l'essiccamento finale della urea. Questo essiccamento finale può venir modificato realizzando le fasi di cristallizzazione e separazione dei cristalli in una centrifuga. Questo processo non forniva risultati adeguati, causa alcuni svantaggi che esso comporta. Si ha, cioè, una cristallizzazione prematura che intasa l'apparecchiatura; aumentavano sostanzialmente i prodotti di decomposizione, compreso il biureto nella urea, causa l'evaporazione prolungata ad alta temperatura; nel prodotto risultante si trovò un alto contenuto d'acqua e fu quindi richiesta una fase successiva di essiccamento con conseguente decomposizione; si avevano perdite del prodotto desiderato, a causa di decomposizione ed i granuli risultanti del prodotto finito erano o più grandi o più piccoli della dimensione richiesta.

Infine, sono stati proposti alcuni altri processi per risolvere il problema del contenuto di biureto: p. es. uno di essi comprende il trattamento di urea solida con un solvente liquido contenente acetone per estrarre biureto da urea solida, e gli altri sono solo modifiche della pressione e temperatura di lavoro o applicazioni di differenti condizioni di cristallizzazione. Cionondimeno, questi metodi non hanno fornito una



soluzione buona ed efficiente al problema del contenuto di biureto nella urea.

Quindi, uno scopo dell'invenzione è di fornire un procedimento per ridurre il contenuto di biureto nella urea, nel quale non sono necessarie modifiche delle temperature e pressioni di lavoro, escluse quelle di un comune processo per l'ottenimento di urea.

Un altro scopo della presente invenzione è di fornire un procedimento per ridurre il contenuto di biureto nella urea, che non richiede alcuna fase addizionale di cristallizzazione.

Un ulteriore scopo della presente invenzione è di fornire un procedimento per ridurre il contenuto di biureto nella urea, in cui non si ottiene una cristallizzazione prematura che possa otturare l'apparecchiatura.

Un altro scopo della presente invenzione è di fornire un procedimento per ridurre il contenuto di biureto nella urea, in cui nella fase finale del processo non si impiega ammoniaca addizionale per ritrasformare il biureto in urea.

Altro scopo della presente invenzione è di fornire un procedimento per ridurre il contenuto di biureto nella urea, in cui non si hanno perdite di prodotto finale per decomposizione.

Un ulteriore scopo della presente invenzione è di fornire un procedimento per ridurre il contenuto di biureto nella urea, che non richiede l'estrazione di biureto dalla soluzione di urea con un solvente.

Un altro scopo della presente invenzione è di fornire un procedimento per ridurre il contenuto di biureto nella urea, che non richiede che la miscela di reazione contenente ammoniaca, biossido di carbonio ed acqua venga fatta passare per una torre a riempimento in controcorrente con un flusso di aria calda.

Un altro scopo della presente invenzione è di fornire un procedimento per ridurre il contenuto di biureto nella urea, il quale produce, come prodotto finale, urea grado fogliare.

Un ulteriore scopo della presente invenzione è di fornire un procedimento per ridurre il contenuto di biureto nell'urea, in cui il biureto è totalmente ridotto, cioè fino allo 0%.

Infine, un altro scopo della presente invenzione è di fornire un procedimento per ridurre il contenuto di biureto nell'urea, in cui l'urea è posta a contatto con resine a scambio ionico.

Il procedimento secondo l'invenzione è definito nella rivendicazione 1.

La fig. 1 è uno schema che illustra una realizzazione del sistema di scambio ionico, usata dalla presente invenzione.

La fig. 2 è uno schema che illustra un'altra realizzazione del sistema di scambio ionico, che può essere usata nel procedimento della presente invenzione.

La presente invenzione si riferisce ad urea a basso contenuto di biureto e, più specificatamente, ad un procedimento per ridurre il contenuto di biureto nell'urea mediante una operazione di scambio ionico, che sfrutta la proprietà del biureto di venire trattenuto, in maniera selettiva, da scambiatori ionici.

Nel procedimento della presente invenzione, può essere usata urea pura o soluzione di urea di 1,0 - 99,9%, contenente biureto come tale o complessato con un qualsiasi metallo. Inoltre, non è precisato il tipo di scambiatore ionico, perché ogni tipo va bene. Ma sono preferiti gli scambiatori ionici di venire rigenerati e di lavorare ad alta temperatura (200°C); e fra questi, le resine a scambio ionico di tipo anionico, a base forte.

Una volta che l'operazione di scambio ionico è stata completata e che il biureto è stato separato dall'urea, il biureto può venir spostato dalla resina con un anione più forte, p. es. bicarbonati, carbonati, cloruri, nitrati, solfati ed idrossidi. Cionondimeno, i preferiti sono gli idrossidi, perché essi sono

gli unici anioni che spostano totalmente il biureto, lasciando la resina in condizioni di trattenere di nuovo il biureto.

Il citato scambio ionico può venir completato entro una colonna contenente la resina a scambio ionico convenientemente supportata.

In una delle realizzazioni della presente invenzione (v. fig. 1), una colonna 11 contiene un letto di resina fortemente basica 12, p. es. di tipo stirenico. La resina 12 è supportata su una sabbia selezionata 13 che fornisce l'adatto supporto, allo scopo di evitare perdite della detta resina 12 durante l'operazione di scambio. La colonna 11 comprende una camicia esterna 14 entro la quale passa vapore a bassa pressione per mantenere la temperatura richiesta onde evitare la solidificazione dell'urea.

Il volume della colonna 11 deve essere tale da contenere la sabbia selezionata 13, la resina a scambio ionico 12 e lasciare uno spazio vuoto corrispondente al 75% del volume della resina 12, per non perderla durante le operazioni di lavorazione.

In questo tipo di scambiatori ionici, il prodotto da trattare è alimentato attraverso una tubazione superiore 13, col suo corrispondente distributore (non visibile), per porre in immediato contatto il prodotto da trattare con la resina a scambio ionico 12. Quando il prodotto è stato lavorato, esso esce dalla colonna 11 attraverso una tubazione inferiore 16.

La rigenerazione ed il lavaggio della resina a scambio ionico 12 sono effettuate analogamente, attraverso le tubazioni 15 e 16. Ma poiché è necessario un controlavaggio, sono inserite tubazioni 17 per introdurre il liquido di controlavaggio nella parte inferiore della colonna 11 ed asportarlo dall'estremo superiore.

In questo tipo di apparecchiatura, il procedimento per ridurre il contenuto di biureto nell'urea può venir realizzato nella seguente maniera:

L'acqua necessaria a mantenere completamente coperta la resina 12 è parzialmente scaricata fino a che essa scende sotto il livello della detta resina 12, in modo da non diluire la soluzione di urea e impedire modifiche durante l'operazione di scambio a causa di bolle d'aria dovute ad eccessivo scarico. La soluzione di urea è alimentata alla colonna 11 attraverso la tubazione 15, spostando così l'acqua trattenuta nella resina a scambio ionico 12 e che esce dalla tubazione 16. Pertanto, in questo momento, il liquido nello scarico è essenzialmente acqua: essa viene eliminata attraverso la tubazione 16 fino a che detto liquido risulta essere una soluzione di urea a concentrazione 4-5%. Allora, la soluzione uscente di urea, che è una soluzione di urea senza biureto, viene recuperata come prodotto finale. Questa operazione è fatta proseguire fino a che, mediante un'analisi qualitativa, si trova biureto nello scarico; il controllo è considerato positivo quando il contenuto di biureto supera 0,1%.

La presenza del biureto nello scarico indica che la resina a scambio ionico 12 è esaurita. Quindi è necessaria un'operazione di recupero dell'urea, nonché le operazioni di controlavaggio, la rigenerazione ed il lavaggio della resina a scambio ionico 12.

L'operazione di recupero dell'urea comprende l'alimentazione dell'acqua attraverso la tubazione 15 alla colonna 11, per spostare la soluzione di urea trattenuta nella resina a scambio ionico 12. Il liquido che scorre entro la tubazione 12 è una soluzione ad alto contenuto di urea, e quindi può essere rilavorato. Quando la concentrazione della soluzione di urea nello scarico che passa entro la tubazione 16 scende al 3-4%, la detta soluzione non è considerata più utile e questa operazione è conclusa.

Dopo la detta operazione, si effettua il controlavaggio. Cioè, il flusso d'acqua viene invertito, facendolo entrare attraverso la tubazione 16 inferiore ed uscire dalla tubazione

superiore 17. Quando viene iniziato il controlavaggio, si aumenta la velocità della corrente, per eliminare solidi sospesi e far salire la resina a scambio ionico 12; questa situazione viene mantenuta per un certo periodo di tempo, in modo da pulire opportunamente la detta resina 12.

Dopo l'operazione di controlavaggio, si inizia la rigenerazione che, in questo caso, sarà realizzata usando soda caustica a concentrazione del 15-45%. Per questa operazione, l'acqua rimanente dall'operazione di controlavaggio e che necessariamente ricopre completamente la resina 12, viene scaricata fino a raggiungere il livello di detta resina 12; a questo momento, l'acqua contenuta nella resina a scambio ionico 12 viene scaricata dalla tubazione 16. La prima quantità del liquido uscente è eliminata, trattandosi, nella sua totalità, dell'ultima acqua del controlavaggio, fino a che essa raggiunge una concentrazione di soda caustica di circa 3%. Una volta raggiunta questa concentrazione, si recupera il liquido effluente, mantenendo l'operazione di rigenerazione secondo il tipo di resina a scambio ionico 12 presente nella colonna 11.

Secondo quanto detto sopra, si può considerare che la resina a scambio ionico 12 è stata rigenerata. Ma è necessario recuperare la soda caustica ancora contenuta nella detta resina a scambio ionico 12 e ciò viene fatto mediante spostamento d'acqua, che viene fatto proseguire fino a che l'effluente dalla tubazione 16 ha una concentrazione del 3% in soda caustica. A questo punto, si elimina il liquido effluente e si continua ad introdurre acqua a velocità maggiore. Questa operazione è considerata come un'operazione di lavaggio che finisce quando l'effluente contiene 500 p.p.m. di soda caustica. In questo modo, la resina a scambio ionico 12 è pronta per un nuovo ciclo operativo.

Come si vede da quanto detto, con questo tipo di scambiatori ionici, il procedimento risulta discontinuo, perché sono richieste operazioni di recupero, controlavaggio, rigenerazione e risciacquo. Se si vuole un'operazione continua, è necessario avere doppie colonne di scambio ionico, in modo che, mentre in una di esse viene trattata la soluzione di urea, nell'altra di eseguono le altre differenti operazioni.

Un'altra eventuale forma di esecuzione del procedimento della presente invenzione (v. fig. 2) è realizzabile mediante un sistema continuo di scambio. In questo sistema, tre colonne 21, 22 e 23 sono disposte in una tale maniera che la colonna 21 è collegata, tramite il suo estremo inferiore, con la colonna 22 mediante la tubazione 24 provvista della valvola 25; a parte ciò, la detta colonna 22 è collegata, mediante il suo estremo inferiore, con la colonna 23 mediante la tubazione 26 fornita della valvola 27; e questa colonna 23 è collegata col suo estremo inferiore alla colonna 21 mediante la tubazione 28 e la valvola 29; così si ottiene un sistema a ricircolazione continua.

Inoltre, ogni colonna 21, 22 e 23 contiene al suo estremo inferiore, punti di alimentazione 30, 31 e 32 mediante i quali, con le pompe 33, 34 e 35 vengono introdotti i corrispondenti liquidi che alimentano ognuna delle dette colonne 21, 22 e 23. Analogamente, agli estremi superiori, le colonne 21, 22 e 23 hanno tubazioni di uscita 36, 37 e 38, mediante le quali vengono fatti uscire i liquidi alimentati ad ogni colonna 21, 22 e 23.

In questo tipo di apparecchiatura, noi troviamo p. es. che la colonna 21 contiene una certa quantità di una resina a scambio ionico 39, che può essere dello stesso tipo come nel caso dell'operazione discontinua, cioè una resina stirenica fortemente basica. Poi, attraverso l'entrata 30 si pompa soluzione di urea contenente biureto allo scopo di porla a contatto con la resina a scambio ionico 39, con che si ottiene dalla tubazione 36 urea priva di biureto. Si continua l'operazione di pompaggio fino a che si considera che è stata ese-

guita una quantità sufficiente di resina 39 ma non la totalità. Questo intervallo di tempo sarà preso come campione per gli ulteriori cicli operativi.

Trascorso il periodo prescelto, una certa quantità di resina esausta 39 viene trasferita dalla colonna 21 alla colonna 22 e, nello stesso tempo, si lascia che una certa quantità corrispondente di una resina rigenerata 40, contenuta nella colonna 23 venga trasferita nella colonna 21 per mantenere costante il volume totale della resina nella detta colonna 21.

La rigenerazione della resina esausta 39 nella colonna 22 è fatta con soda caustica. Detta soda caustica è pompata attraverso l'entrata 31 e scaricata dalla tubazione di uscita 37, mantenendo un flusso per un periodo conveniente, allo scopo di rigenerare la resina esausta 39.

Dopo che la resina 39 è stata rigenerata, essa è inviata, attraverso la tubazione 26 alla colonna 23 dove è sottoposta ad un'operazione di risciacquo. Questa operazione di risciacquo è fatta introducendo acqua nella detta colonna 23 attraverso l'entrata 32 e con la pompa 35 e scaricando la detta acqua nella tubazione 38. Si continua il flusso d'acqua per il tempo necessario a spostare quasi tutta la soda caustica trattenuta nella resina 39. In questo modo, si ha una resina 40 lavata e rigenerata, pronta per essere impiegata di nuovo nella colonna 21, come indicato sopra.

I sistemi sopra menzionati possono essere adattati o inclusi in impianti di sintesi urea per ottenere un prodotto finale con un contenuto bassissimo di biureto. Non è critica la localizzazione dei sistemi di scambio ionico negli impianti di sintesi urea, anche in fasi intermedie, purché si prenda in considerazione il contenuto finale di biureto richiesto nell'urea.

L'efficacia del procedimento della presente invenzione sarà illustrata dai seguenti esempi:

#### *Esempi di laboratorio*

Furono usate varie resine a scambio ionico allo scopo di trovare quale risultava la più adatta; le soluzioni di urea furono preparate partendo da urea granulata non ricoperta.

#### *Esempio 1*

Fu fatto un certo numero di prove diverse, trattando una soluzione 50% di urea contenente 1,09% di biureto su base urea anidra, a temperature diverse, con 200 centimetri cubici di carbone attivo come scambiatore ionico. I risultati ottenuti sono riportati nella tabella I.

#### *Esempio 2*

Una soluzione 50% di urea, contenente 1,17% di biureto su base urea anidra, fu trattata con 150 centimetri cubici di una resina cationica Amberlite IR-120. I risultati ottenuti sono riportati nella tabella II.

#### *Esempio 3*

Furono fatte prove trattando una soluzione 50% urea, contenente 1,17% biureto su base urea anidra, con 150 centimetri cubici di una resina anionica debole IRA-93. I risultati ottenuti sono riportati nella tabella III.

#### *Esempio 4*

Furono fatte alcune prove trattando una soluzione 50% urea, contenente 1,12% biureto su base urea anidra, con 200 centimetri cubici di una resina anionica forte SBR-P. I risultati ottenuti sono riportati nella tabella IV.

#### *Esempio 5*

Una soluzione 50% di urea, contenente 1,15% biureto su base urea anidra, viene trattata con 200 centimetri cubici di una resina anionica fortissima IONAC-935. I risultati ot-

tenuti in questo esempio non indicarono la presenza di biureto fino a che 1600 centimetri cubici di soluzione di urea non sono passati attraverso il letto. Cioè, durante il passaggio dei detti centimetri cubici fino a quel valore, la percentuale, nello scarico liquido, di biureto su base urea anidra, è considerata 0%.

TABELLA I

| Marcia 1<br>T = 20°C                                |  |
|---|--|
| cc di soluzione urea<br>passata attraverso il letto | % di biureto su base<br>urea anidra nell'effluente |
| 100   | 0,22   |
| 200   | 0,22   |
| 300   | 0,35   |
| 400   | 0,53   |
| 500   | 0,70   |
| 600   | 0,93   |
| 700   | 0,95   |
| 800   | 0,96   |

| Marcia 2<br>T = 60°C                                |  |
|---|--|
| cc di soluzione urea<br>passata attraverso il letto | % di biureto su base<br>urea anidra nell'effluente |
| 100   | 0,15   |
| 200   | 0,46   |
| 300   | 0,46   |

| Marcia 3<br>T = 75°C                                |  |
|---|--|
| cc di soluzione urea<br>passata attraverso il letto | % di biureto su base<br>urea anidra nell'effluente |
| 100   | 0,30   |
| 200   | 0,40   |
| 300   | 0,56   |
| 400   | 0,80   |

TABELLA II

| cc. di soluzione<br>urea passata attra-<br>verso il letto | % biureto su<br>base urea anidra<br>nell'effluente | rigenerazione            |
|---|--|--------------------------|
| 100   | 0,69   | con una soluzione        |
| 200   | 0,95   | 4% acido cloridri-       |
| 300   | 1,07   | co ed un livello         |
| 400   | 1,11   | rigenerativo             |
| 500   | 1,16   | 144 gHCl/litro<br>resina |

TABELLA III

| Marcia 1   |   |                   |
|--|---|-------------------|
| cc di soluzione<br>urea passata attra-<br>verso il letto   | % biureto su<br>base urea anidra,<br>nell'effluente | rigenerazione     |
| 100  | 0,62  | con una soluzione |
|  |   | 4% soda caustica, |
|  |   | ed un livello     |
|  |   | rigenerativo di   |
|  |   | 80 g NaOH/litro   |
|  |   | resina            |
| Marcia 2   |   |                   |
| cc di soluzione<br>urea passata attra-<br>verso il letto   | % biureto su<br>base urea anidra,<br>nell'effluente | rigenerazione     |
| 100  | 0,11  | con una soluzione |
| 200  | 0,77  | 4% soda caustica, |
|  |   | ed un livello     |
|  |   | rigenerativo di   |
|  |   | 80 g NaOH/litro   |
|  |   | resina            |
| Nota: L'ammoniaca e l'idrato sodico furono addizionati fino a<br>pH = 13,4: a questo punto, il biureto è soggetto a com-<br>plessazione. |   |                   |

TABELLA IV

| Marcia 1   |   |                               |
|--|---|-------------------------------|
| cc di soluzione<br>urea passata attra-<br>verso il letto | % biureto su<br>base urea anidra,<br>nell'effluente | rigenerazione                 |
| 100  | 0,05  | con soluzione                 |
| 200  | 0,08  | 4% soda caustica,             |
| 300  | 0,08  | ed un livello rige-           |
| 400  | 0,08  | nerativo di 80 g              |
| 500  | 0,08  | NaOH/litro                    |
| 600  | 0,08  | resina                        |
| 700  | 0,09  |                               |
| 800  | 0,10  |                               |
| 900  | 0,10  |                               |
| Marcia 2   |   |                               |
| cc di soluzione<br>urea passata attra-<br>verso il letto | % biureto su<br>base urea anidra,<br>nell'effluente | rigenerazione                 |
| 100  | 0,25  | con una soluzione             |
| 200  | 0,36  | 4% ammoniaca                  |
| 300  | 0,36  | ed un livello rige-           |
| 400  | 0,36  | nerativo di 80 g              |
| 500  | 0,35  | NH <sub>3</sub> /litro resina |
| 600  | 0,35  |                               |
| 700  | 0,35  |                               |
| 800  | 0,36  |                               |
| 900  | 0,46  |                               |
| 1000   | 0,74  |                               |

TABELLA IV (continuazione)

| Marcia 3   |   |  |
|--|---|--|
| cc di soluzione urea passata attraverso il letto | % biureto su base urea anidra, nell'effluente | rigenerazione  |
| 100  | 0,18  | con una soluzione 4% ammoniacale ed un livello rigenerativo di 160 g NH <sub>3</sub> /litro resina |
| 200  | 0,25  |  |
| 300  | 0,26  |  |
| 400  | 0,32  |  |
| 500  | 0,38  |  |
| 600  | 0,52  |  |
| 700  | 0,76  |  |
| 800  | 0,91  |  |
| 900  | 1,01  |  |
| 1000   | 1,07  |  |

| Marcia 4   |   |   |
|--|---|---|
| cc di soluzione urea passata attraverso il letto | % biureto su base urea anidra, nell'effluente | rigenerazione   |
| 100  | 0,11  | con una soluzione 4% soda caustica e 4% ammoniacale, ed a livelli generativi rispettivamente di 40 g NaOH/litro resina e 80 g NH <sub>3</sub> /litro resina |
| 200  | 0,11  |   |
| 300  | 0,09  |   |
| 400  | 0,08  |   |
| 500  | 0,08  |   |
| 600  | 0,08  |   |
| 700  | 0,09  |   |
| 800  | 0,08  |   |
| 900  | 0,10  |   |
|  |   |   |

*Esempi di impianto pilota*

Dagli esempi di laboratorio è stato trovato che la resina che fornisce i risultati migliori è definitivamente il tipo anionico, estremamente forte quale IONAC-935. Quindi, in un impianto pilota, le prove furono fatte solo con la resina anionica, estremamente forte, IONAC-935. I risultati ottenuti sono riportati nella tabella A.

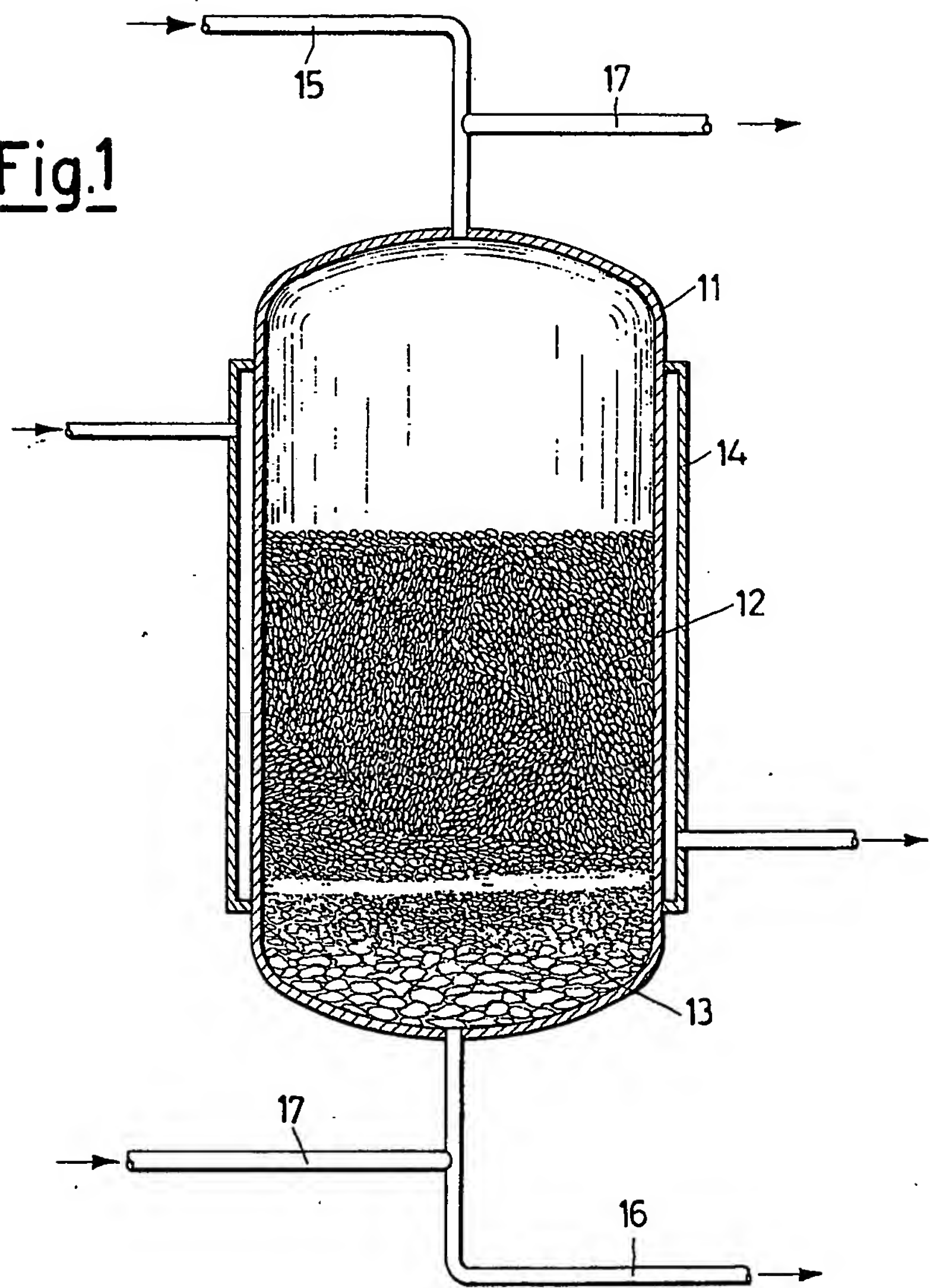
Nonostante che la citata descrizione sia stata fatta in relazione ad una realizzazione specifica dell'invenzione, gli esperti del ramo devono comprendere che ogni modifica nelle forme e nei dettagli è compresa nel campo e negli scopi dell'invenzione stessa.

TABELLA A

| marcia | capacità<br>Kg biureto<br>m <sup>3</sup> resina | vol.<br>m <sup>3</sup> | urea | soluzione urea trattata |   |                     |
|--------|---|------------------------|------|-------------------------|---|---------------------|
|        |   |                        |      | biureto                 | concentrazione temperatura<br>lavoro °C | biureto finale<br>% |
| 1      | 30,38   | 1,40                   | 62,5 | 1,88                    | 57                                      | 0                   |
| 2      | 31,35   | 1,45                   | 62,5 | 1,88                    | 57                                      | 0                   |
| 3      | 32,50   | 1,50                   | 62,5 | 1,88                    | 57                                      | 0                   |
| 4      | 32,45   | 2,7                    | 58,5 | 0,89                    | 55                                      | 0                   |
| 5      | 42,4  | 2,3                    | 56,5 | 1,36                    | 38                                      | 0                   |
| 6      | 49,07   | 3,25                   | 54,5 | 1,12                    | 40                                      | 0                   |
| 7      | 29,19   | 2,1                    | 66   | 1,01                    | 56                                      | 0                   |
| 8      | 34,55   | 4,6                    | 51   | 0,56                    | 26                                      | 0                   |
| 9      | 27,25   | 3,7                    | 55   | 0,55                    | 29                                      | 0                   |



Fig.1





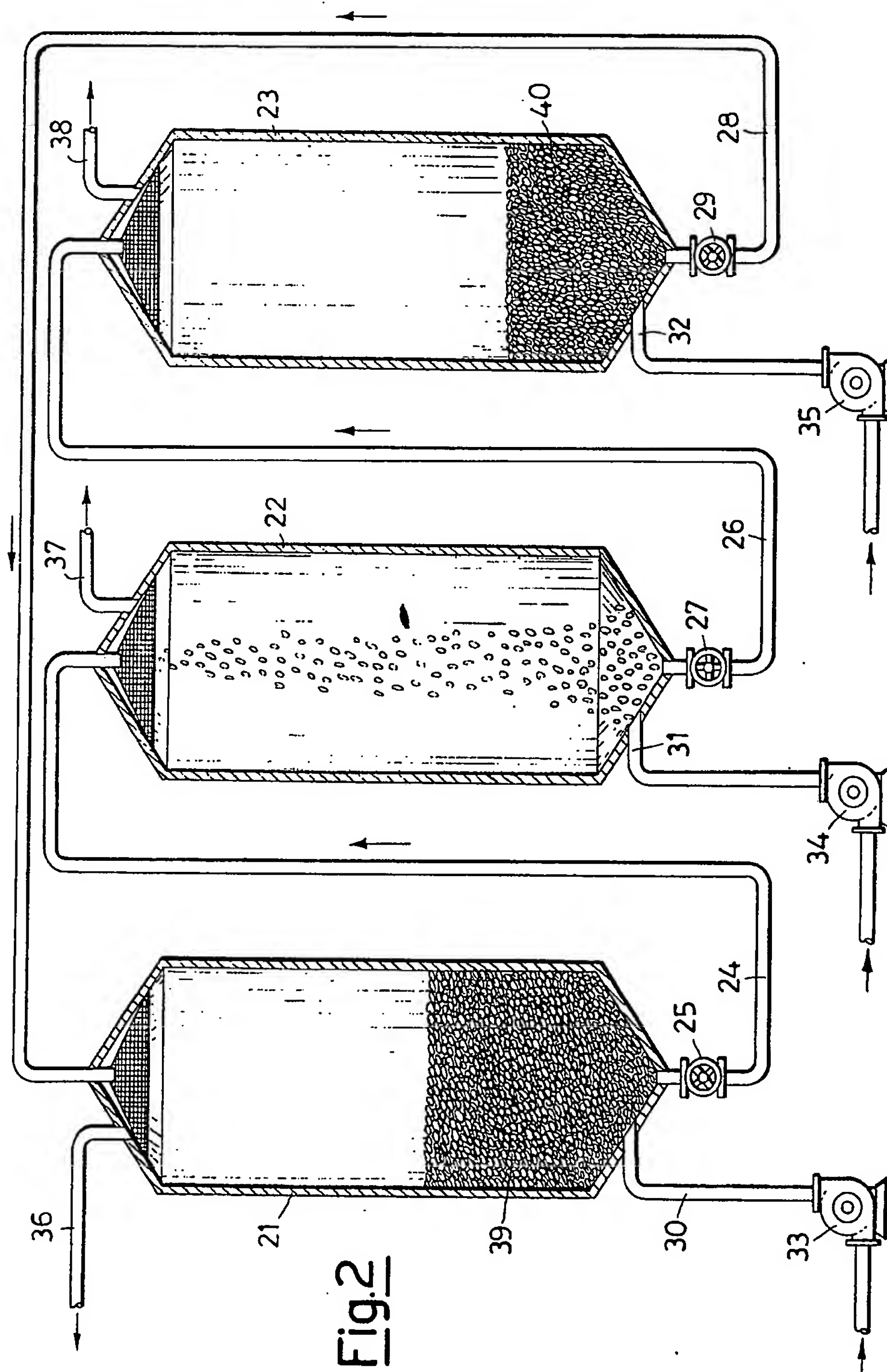


Fig. 2